# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平11-124312

(43)公開日 平成11年(1999)5月11日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	<b>F</b> I
A61K 7/00	0	A 6 1 K 7/00 U
		J
7/48	8	7/48
// CO8F 30/08	8	C 0 8 F 30/08
290/06		290/06
		審査請求 未請求 請求項の数8 FD (全 12 頁)
(21)出願番号	特願平9-306442	(71) 出願人 000001959
		株式会社資生堂
(22)出願日	平成9年(1997)10月20日	東京都中央区銀座7丁目5番5号
		(72)発明者 宮沢 和之
		神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
		式会社資生堂第一リサーチセンター内
		(72)発明者 梁木 利男
		神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
		式会社資生堂第一リサーチセンター内
		(74)代理人 弁理士 岩橋 祐司

## (54) 【発明の名称】 パック化粧料及びその処理方法

#### (57)【要約】

【目的】 皮膚清浄効果が高く、塗布性、剥離性、被膜 強度にも優れるパック化粧料及びその処理方法を提供す る。

【解決手段】 少なくとも一つの反応性官能基が結合したシリル基を有する共重合体を配合する。該パック化粧料を皮膚上で加水分解して該共重合体分子間を架橋し、乾燥後剥離することを特徴とする

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一つの反応性官能基が結合したシリル基を有する共重合体を配合したことを特徴とするパック化粧料。

【請求項2】 請求項1記載の化粧料において、共重合体が下記一般式(I)で示されるモノマー(A)を構成モノマーの一つとして有する共重合体であることを特徴とするパック化粧料。

## 【化1】

#### 一般式(I);

$$\begin{array}{c}
R_1 \\
| \\
| \\
C = C \\
| \\
C = O \\
| \\
R_2 \\
| \\
R_5 - S & i - R_3 \\
| \\
R_4
\end{array}$$

(-般式(I)中、 $R_1$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_2$ は炭素数  $1\sim 6$ のアルキレン基、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ はそれぞれ加水分解せしめることにより該共重合体分子間を架橋し得る反応性官能基を意味する。)

【請求項3】 請求項2記載の化粧料において、共重合体が前記一般式(I)で示されるモノマー(A)と、一般式(II)で示されるモノマー(B)とを構成モノマーとして有する共重合体であることを特徴とするパック化粧料。

#### 【化2】

# 一般式(II):

$$\begin{array}{c}
R_{\circ} \\
R_{\circ} \\
C = C \\
C = O \\
R_{\circ}
\end{array}$$

# 一般式 (IV) :

$$(R_{10}) \ _{3}S \ i - O - S \ i \ (R_{10}) \ _{3}$$

O

S i  $(R_{10}) \ _{3}$ 

(一般式(II)中、 $R_6$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_7$ は炭素数 $1\sim18$ のアルキル基を意味する。)

【請求項4】 請求項3記載の化粧料において、共重合体が前記一般式(I)で示されるモノマー(A)と、前記一般式(II)で示されるモノマー(B)と、下記一般式(II)で示されるモノマー(C)とを構成モノマーとして有する共重合体であることを特徴とするパック化粧料。 【化3】

## 一般式(III):

(一般式(III)中、 $R_8$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_9$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキレン基を意味する。Xは下記一般式 (IV)  $\sim$ (VI)の何れかで表される基を意味する。)

## 【化4】

(一般式(IV)中、 $R_{10}$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキル基を意 【化5】 味する。)

## 一般式(V):

$$\begin{bmatrix}
R_{11} - S & i - R_{11} \\
O & & & \\
R_{11} - S & i - R_{11} \\
O & & & \\
R_{11} - S & i - R_{11} \\
& & & \\
R_{11} - S & i - R_{11}
\end{bmatrix}_{X_{11}}$$

【化6】

(一般式(V)中、 $R_{11}$ は炭素数 $1\sim$ 6のアルキル基、 $\mathbf{x}_1$ は正の整数を意味する。)

## 一般式 (VI):

$$\begin{bmatrix}
R_{12} - S & i - R_{12} \\
O & & & \\
R_{12} - S & i - R_{12} \\
O & & & \\
R_{12} - S & i - R_{12} \\
R_{9} & & & \\
O & & & \\
C = O \\
H_{2}C = C \\
R_{8}$$

(一般式(VI)中、 $R_8$ 、 $R_9$ は前記定義の通りである。 $R_{12}$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキル基、 $\mathbf{x}_2$ は正の整数を意味する。)

【請求項5】 請求項2~4の何れかに記載の化粧料において、モノマー(A)の割合が共重合体中25~99 重量%であることを特徴とするパック化粧料。

【請求項6】 請求項4又は5記載の化粧料において、モノマー(B)の割合が共重合体中1重量%以上、モノマー(C)の割合が共重合体中1重量%以上であることを特徴とするパック化粧料。

【請求項7】 請求項 $1\sim6$ の何れかに記載の化粧料において、 $R_3$ 、 $R_4$ 及び $R_5$ が炭素数 $1\sim6$ のアルコキシ基であることを特徴とするパック化粧料。

【請求項8】 請求項1~7の何れかに記載のパック化 粧料を皮膚上で加水分解して該共重合体分子間を架橋 し、乾燥後皮膚から剥離することを特徴とする該パック 化粧料の処理方法。

【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、パック化粧料、特に皮膚清浄作用、剥離性、伸ばし易さ、被膜強度等に優れるパック化粧料及びその処理方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】現在、化粧品分野において角栓、古い角質層、汚れ等に対する除去作用を謳った種々のパック(マスク)が開発されている。パック化粧料には、ペースト状やゼリー状で、塗布・乾燥後に被膜を剥離するピールオフタイプ、塗布後拭き取りや洗い流しにより除去するタイプ、不織布等のシートにパック組成物を予め付着させたもので、これを貼布後剥がすタイプ等に大別されるが、皮膚清浄作用を主目的としたパック化粧料は、ほとんどがピールオフタイプ、貼布タイプである。

【0003】これらのパック化粧料においては、皮膚清浄作用に加えて、パック被膜が皮膚上に残ったりせず、きれいに剥がすことができる剥離性が要求される。また、ピールオフタイプにおいては、パック化粧料の皮膚上への伸ばし易さ、剥がす際に破れたりしない被膜硬度も重要である。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの点において、未だ消費者を十分に満足させるものは得られていない。すなわち、ピールオフタイプや貼布タイプのパック化粧料では、後で剥がす必要性があるため、皮膚への密着性にどうしても限界があり、角栓や古い角質層の除去能に限界があった。本発明は、このような従来技術の課題に鑑み成されたものであり、その目的は、角栓、古い角質層、汚れ等に対する除去作用が高く、剥がす際にはきれいに剥がすことができ、また、塗布性、被膜強度、使用感も良好なパック化粧料及びその処理方法を提供することにある。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前記目的を達成するために鋭意検討を行った結果、少なくとも一つの反応性官能基が結合したシリル基、例えば三官能性シリル基を有するモノマーを構成モノマーとして有する共重合体をパック化粧料に配合することにより、皮膚清浄作用が高く、しかも塗布性や剥離性、被膜強度にも優れるパック化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。すなわち、本発明にかかるパック化粧料は、少なくとも一つの反応性官能基が結合したシリル基を有する共重合体を配合したことを特徴とする。

【0006】なお、本発明において反応性官能基が結合したシリル基とは、後述するように、加水分解によってシロキサン結合Si-O-Siを形成し、これにより共重合体分子間を架橋し得るものを意味する。また、本発明のパック化粧料において、共重合体が下記一般式(I)で示されるモノマー(A)を構成モノマーの一つとして有する共重合体であることが好適である。

【0007】 【化7】

## 一般式(I):

(-般式(I)中、 $R_1$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_2$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキレン基、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ はそれぞれ加水分解せしめることにより該共重合体分子間を架橋し得る反応性官能基を意味する。)また、本発明のパック化粧料において、共重合体が前記一般式(I)で示されるモノマー(A)と、一般式(II)で示されるモノマー(B)を構成モノマーとして有する共重合体であることが好適である。

[0008]

【化8】

#### 一般式(II):

$$H_{2}C = C$$

$$C = O$$

$$O$$

$$R_{7}$$

(一般式(II)中、 $R_6$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_7$ は炭素数  $1\sim 1$ 8のアルキル基を意味する。)また、本発明にかかるパック化粧料において、共重合体が前記一般式(I)で示されるモノマー(A)と、前記一般式(II)で示されるモノマー(B)と、下記一般式(III)で示されるモノマー(C)とを構成モノマーとして有する共重合体であることが好適である。

[0009]

【化9】

#### 一般式(III):

(一般式(III)中、 $R_8$ は水素原子あるいはメチル基、 $R_9$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキレン基を意味する。Xは下記一般式 (IV)  $\sim$  (VI)の何れかで表される基を意味する。)

【0010】 【化10】

(一般式(V)中、 $R_{11}$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキル基、 $X_1$ 

は正の整数を意味する。)

[0011]

【化12】

# 一般式 (IV):

$$(R_{10}) \ _3 \ S \ i - O - S \ i \ (R_{10}) \ _3$$

$$O \\ S \ i \ (R_{10}) \ _3$$

(一般式(IV)中、 $R_{10}$ は炭素数 $1\sim6$ のアルキル基を意 味する。)

## 【化11】

## 一般式 (V):

# 一般式 (VI):

$$\begin{bmatrix}
R_{11} - S & i - R_{11} \\
O \\
R_{11} - S & i - R_{11}
\end{bmatrix}_{X_{1}}$$

$$\begin{bmatrix}
O \\
R_{11} - S & i - R_{11} \\
O \\
R_{11} - S & i - R_{11}
\end{bmatrix}_{X_{1}}$$

$$\begin{array}{c|cccc}
R_{12} - S & i - R_{12} \\
O & & & \\
R_{12} - S & i - R_{12} \\
O & & & \\
R_{12} - S & i - R_{12} \\
R_{9} & & & \\
O & & & \\
C = O \\
H_{2}C = C \\
\end{array}$$

(一般式(VI)中、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>は前記定義の通りである。R 12は炭素数1~6のアルキル基、x2は正の整数を意味 する。)

また、本発明のパック化粧料において、モノマー(A) の割合が、共重合体中25~99重量%であることが好 適である。また、本発明のパック化粧料において、モノ マー(B)の割合が共重合体中1重量%以上、モノマー (C)の割合が共重合体中1重量%以上であることが好 適である。

【0012】また、本発明の共重合体において、R<sub>3</sub>、 R<sub>4</sub>及びR<sub>5</sub>が炭素数1~6のアルコキシ基であることが 好適である。本発明のパック化粧料の処理方法は、前記

パック化粧料を皮膚上で加水分解して該共重合体分子間 を架橋し、乾燥後皮膚から剥離することを特徴とする。 [0013]

【発明の実施の形態】前記一般式(I)で示されるモノマ - (A) は三官能性シリル基-SiR<sub>3</sub>R<sub>4</sub>R<sub>5</sub>を含有す るアクリル酸若しくはメタアクリル酸のエステル体であ る。一般式(I)において、R<sub>1</sub>は水素原子又はメチル基で ある。また、R2は炭素数1~6のアルキレン基を意味 し、好ましくはプロピレン基である。

【0014】R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>は、加水分解することによ ってシロキサン結合Si-〇-Siを形成し、これによ り本発明の共重合体分子間を架橋し得る反応性官能基で あり、例えば、水素原子、アルコキシ基、ハロゲン原子、アシルオキシ基、アミノ基等が挙げられるが、共重合体の安定性や、加水分解により生じる副生成物の安全性、後述する架橋反応の反応性等の点から好ましくは炭素数  $1\sim6$ のアルコキシ基であり、特に好ましくはメトキシ基又はエトキシ基である。なお、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ は同一又は異なっていても良い。本発明の共重合体においては上記モノマー(A)の1種又は2種以上を構成モノマーとすることができる。

【0015】モノマー(B)はアクリル酸若しくはメタアクリル酸のアルキルエステルである。一般式(II)において、 $R_6$ は水素原子、若しくはメチル基であり、 $R_7$ は炭素数 $1\sim18$ の直鎖状、分岐状、もしくは環状のアルキル基を意味するが、好ましくは炭素数 $1\sim6$ のアルキル基であり、特に好ましくはメチル基である。なお、本発明の共重合体においては上記モノマー(B)の1種又は2種以上を構成モノマーとすることができる。

【0016】モノマー(C)はシロキサン含有(メタ) アクリル酸エステルである。一般式(III)において、R。 は水素原子又はメチル基である。Rgは炭素数1~6の アルキレン基であり、好ましくはエチレン基、プロピレ ン基、2-ヒドロキシプロピレン基である。Xは前記一 般式 (IV) ~ (VI) の何れかで表されるシロキサンを意 味する。一般式 (IV)  $\sim$  (VI) において、 $R_{10}$ 、 $R_{11}$ 、 R<sub>11</sub>'、R<sub>12</sub>は炭素数1~6の直鎖又は分岐状のアルキ ル基、又はフェニル基を表す。なお、各一般式中に  $R_{10}$ 、 $R_{11}$ 、 $R_{12}$ がそれぞれ複数存在するが、これらは 同一又は異なっていてもよい。R<sub>10</sub>、R<sub>11</sub>、R<sub>12</sub>として 好ましくはメチル基である。 R11'として好ましくはブ チル基が挙げられる。Xが一般式(V)又は一般式(VI)の 場合、モノマー(C)の分子量は1,000~100, 000、好ましくは2,000~20,000である。 なお、本発明の共重合体においては上記モノマー (C) の1種又は2種以上を構成モノマーとすることができ る。なお、本発明の効果を損なわない範囲であれば、上 記モノマー $(A) \sim (C)$ 以外のモノマー(D)を本発 明の共重合体の構成モノマーとして有することも可能で ある。

【0017】本発明にかかる共重合体は上記モノマーを公知の重合方法を用いて重合することにより得ることができ、例えば溶液重合法、乳化重合法、塊状重合法等を用いることができる。例えば、溶液重合法の場合には、各モノマーを求めるモノマー組成にて溶媒に溶解し、窒素雰囲気下、ラジカル重合開始剤を添加して加熱撹拌することにより本発明の共重合体を得ることができる。

【0018】重合の際に用いられる溶媒としては、モノマーを溶解又は懸濁し得るものであって、水を含まない有機溶媒であればいかなる溶媒でも用いることが可能であり、例えば、メタノール、エタノール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコール等

のアルコール系溶媒、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、イソオクタン、デカン、流動パラフィンなどの炭化水素系溶媒、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶媒、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒、塩化メチレン、クロホルム、四塩化炭素等の塩化物系溶媒などの他、ジメチルホルムアミド、ジエチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、ジオキサン等が挙げられる。これら溶媒は2種以上混合して用いても良い。通常、用いる重合開始剤の開始温度よりも沸点が高い溶媒を選択することが好適である。

【0019】重合開始剤としては、ラジカル重合を開始する能力を有するものであれば特に制限はなく、例えば、過酸化ベンゾイル等の過酸化物、アゾビスイソブチロニトリル、2,2'ーアゾビス(イソ酪酸)ジメチル等のアゾ系化合物の他、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸系重合開始剤が挙げられる。なお、これらの重合開始剤によらずとも、光化学反応や、放射線照射等によっても重合を行うことができる。

【0020】重合温度は各重合開始剤の重合開始温度以上とする。例えば、過酸化物系重合開始剤では、通常70℃程度とすればよい。重合時間は特に制限されないが、通常2~24時間である。比較的高分子量のポリマーを得たい場合には、1日程度反応させることが望ましい。反応時間が短すぎると未反応のモノマーが残存し、分子量も比較的小さくなることがある。

【0021】本発明の共重合体の平均分子量は特に制限されず、オリゴマー以上の重合度を有していれば目的とする効果を発揮し得る。ただし、重合度が小さくなると後述する架橋反応の速度が低下し、また、あまりに重合度が大きすぎると粘度が高くなって塗布性や作業性に劣ることから、その平均分子量は2,000~150,000程度であることが好ましい。

【0022】このようにして得られる本発明の共重合体は、モノマー(A)に由来する官能性シリル基を有している。このため、これを加水分解することによって共重合体分子同士が架橋し、架橋体を形成することができる。従って、この共重合体をパック化粧料に配合し、該共重合体を皮膚上で加水分解して架橋反応せしめることにより、皮膚表面に強固に共重合体の架橋体被膜が形成される。そして、このようなパック被膜を乾燥後に皮膚上より剥離すれば、パック被膜とともに皮膚の角栓や、古い角質層、汚れ等がきれいに除去され、使用感も非常に良好であるという効果を奏する。また、このパック被膜は、剥がす際に破れにくく、しかもきれいに剥離することができる。

【0023】このような効果が発現する作用機作として は次のように考えられる。図1に本発明にかかる共重合 体の架橋反応の一例を模式的に示す。すなわち、本発明 にかかる共重合体はモノマー(A)に由来する三官能性シリル基ーSi $R_3R_4R_5$ を有している。この三官能性シリル基は水、酸、アルカリ等により容易に加水分解され、トリヒドロキシシリル基ーSi(OH) $_3$ となる。このトリヒドロキシシリル基は別のトリヒドロキシシリル基と反応して安定なシロキサン結合Si-O-Siを形成し、その結果、共重合体分子間が三次元網目状に架橋された架橋共重合体(本発明中、架橋体ということがある)となる。従って、該共重合体を含有するパック化粧料を塗布後、加水分解することにより、塗布部分で架橋が起こって架橋体が皮膚表面を網目状に強固且つ均一に被覆し、強靭なパック被膜を形成するものと推察される。なお、子めこの架橋体を合成してこれを塗布しようとしても、架橋体がゲルもしくはプラスティックとなるので塗布することは非常に困難である。

【0024】本発明のパック化粧料に配合される共重合体のモノマー組成としては、共重合体中のモノマー

(A)の割合が25~99重量%、さらには40~85重量%であることが好ましい。モノマー(A)が少なすぎると架橋反応部位が少ないため、皮膚清浄作用が十分発揮されない。一方、モノマー(A)の割合が多すぎる場合にも、皮膚清浄作用が低下する傾向にある。これは、架橋反応部位が多すぎて、しかも密な状態にあるため、架橋反応がきれいに進行せず、架橋体上に未反応部位が多量に残るためと考えられる。また、架橋体の柔軟

一般式(VII):

性が低下し、使用性に劣ることがある。

【0025】モノマー(B)は、上記のモノマー(A)の割合を調整する役割を果たす。また、モノマー(A)とモノマー(C)からなる共重合体はべたつきが著しく、使用が非常に困難であるので、モノマー(B)の存在によりこのようなべたつきを抑え、被膜の性質を調整することができる。モノマー(B)の割合としては、共重合体中1重量%以上、さらには15重量%以上であることが好ましい。モノマー(B)の割合が高くなると他のモノマーの割合が低下し、また共重合体がアルコール系溶媒に難溶性となる傾向があるので、モノマー(B)は多くとも75重量%以下、さらには60重量%以下であることが好ましい。

【0026】モノマー(C)はシロキサン部分を有し、被膜に可塑性を与え、塗布性、被膜柔軟性、剥離性等に寄与する。本発明の共重合体中、モノマー(C)は1重量%以上、さらには5重量%以上が好ましい。モノマー(C)の割合が多すぎると、相対的にその他のモノマーの比率が低くなり、皮膚清浄効果等が劣る傾向があるので、多くとも74重量%以下、好ましくは60重量%以下である。本発明の共重合体の好適な例として、例えば一般式(VII)で示される共重合体を挙げることができる。

[0027]

【化13】

なお、一般式(VII)中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_8$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$ 、 $R_7$ 、 $R_8$  、 $R_9$  、Xは前記定義の通りである。n、m、1 はそれぞれモノマー(A)、モノマー(B)、モノマー(C)のモル比を表す。

【0028】本発明にかかるパック化粧料の処理方法としては、本発明のパック化粧料を皮膚上で加水分解して該共重合体分子同士を架橋せしめ、乾燥後に剥離することを特徴とする。架橋方法としては、水、酸、アルカリによる反応や熱による反応が挙げられる。具体的には、本発明のパック化粧料を塗布後、塗布部を水(水蒸気等

でも可)、酸、又はアルカリに接触せしめたり、加熱することにより加水分解、架橋させる方法がある。また、 予め水、酸又はアルカリを塗布した皮膚上に該パック化 粧料を塗布して、加水分解、架橋を行ってもよい。また、本発明のパック化粧料に、水、酸又はアルカリを混 合し、直ちに塗布する方法もある。このような水等と混 合後、塗布する方法は、剥離性の点で好ましい方法である。

【0029】水、酸、アルカリによる反応の場合には加熱してもよいが、通常室温で処理すれば十分である。な

お、架橋反応の進行が緩慢であっても良い場合には、特にこのような酸、アルカリ、水と接触せしめなくとも大気中の水分や皮膚からの水分により自然架橋させることも可能である。また、被膜の乾燥方法は通常自然乾燥すればよい。

【0030】本発明にかかる処理方法で用いられる酸、アルカリとしては、本共重合体を加水分解し架橋反応せしめることができるものであれば特に限定されず、有機・無機の酸、アルカリを用いることができる。もちろん、これらの酸、アルカリは、その1種又は2種以上を用いることができ、また、水との混合物であっても良い。

【0031】本発明のパック化粧料は、ピールオフタイプ、貼布タイプと呼ばれる塗布後剥がすタイプのパック化粧料である。剤型としては、可溶化系、分散系、乳化系等の種々の剤型とすることができ、その性状は液状、ペースト状、ゼリー状、ゲル状等とすることができる。また、パック化粧料を不織布等のシートに塗布してシート状パック化粧料とすることもできる。

【0032】本発明のパック化粧料の好適な実施形態の一つとして、多剤式パック化粧料が挙げられ、このようなパック化粧料としては、例えば、該共重合体を含有する非水系組成物からなる第1剤と、水を含む水系組成物からなる第2剤とからなる2剤式のパック化粧料が挙げられる。その処理方法としては、第1剤、第2剤を塗布直前に予め混合し、皮膚に塗布、乾燥後、剥離することが好ましい。このような2剤式パック化粧料とした場合には、剥離性が良好である。もちろん、本発明においては第1剤、第2剤以外の任意の組成物を混合することも可能である。なお、このような多剤式パック化粧料の最終混合物もまた本発明の範疇である。

【0033】非水系組成物としては、例えば、該共重合体を有機溶媒中に溶解、分散、乳化せしめたものが挙げられる。このような有機溶媒としては、脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、塩素化合物炭化水素、エーテル系溶剤、アルコール系溶剤炭素数1~4の脂肪族1~4価アルコール、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ等のセロソルブ系溶剤、ジオキサン、酢酸メチル、ジホルムアミド等が挙げられる。なお、このうち毒性や安全性の点から好ましいものは脂肪族1~2価のアルコールであり、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール、プロピレングリコールが挙げられ、特に安全性の点からはエタノール、イソプロパノールが好ましい。なお、このような非水系組成物もまた本発明の範疇である

【0034】本発明のパック化粧料をこのような非水系 組成物とした場合、その処理方法としては、前記のよう に予め水等と混合後塗布する方法の他、パック化粧料を 塗布後自然乾燥させて架橋する方法、パック化粧料を塗 布後水等に接触させて架橋する方法、もしくは予め水で 濡らした皮膚上にパック化粧料を塗布し架橋する方法に て共重合体を架橋し、乾燥後、剥離する方法などが挙げ られる。

【0035】本発明のパック化粧料において、該共重合体の濃度は特に制限されないが、好ましくは最終組成物中の共重合体濃度が5~50重量%、特に好ましくは10~20重量%である。配合量が少なすぎると十分な効果が得られず、多すぎる場合には塗布性や使用感等が劣ることがある。

【0036】本発明にかかるパック化粧料には、本発明の効果を損なわない範囲であれば通常パック化粧料やその他の化粧料に配合されるその他の成分を配合することができる。例えば、界面活性剤、pH調整剤、防腐剤、酸化防止剤、キレート剤、増粘剤、被膜形成剤、油性成分、高分子化合物、保湿剤、粉末、色材等の他、美白剤、殺菌剤等の薬剤が挙げられる。特に、油分、シリコンゴムやその他のポリマー、粘土鉱物を配合することにより被膜の可塑性や剥離性を高めることができる。また、粉末を配合することにより、剥離性を高めることができる。

【0037】以下に具体例を挙げて、さらに本発明を詳述する。なお、以下で用いた各モノマーの構造は次の通りである。モノマーA1:

#### 【化14】

$$CH_{5}$$

$$H_{2}C = C$$

$$C = O$$

$$O$$

$$(CH_{2})_{8}$$

$$H_{5}C_{2}O - S_{1}O C_{2}H_{5}$$

$$OC_{2}H_{5}$$

モノマーB1: 【化15】

$$C H_3$$

$$H_2 C = C$$

$$C = O$$

$$O$$

$$C H_3$$

モノマーC 1(分子量2,000): 【化16】

$$CH_3$$
 $H_2C = C$ 
 $C = O$ 
 $C = O$ 
 $CH_2$ )  $S$ 
 $CH_3$ 
 $CH$ 

モノマーC 2(分子量12,000): 【化17】

$$CH_{3}$$

$$H_{2}C = C$$

$$C = O$$

$$(CH_{2})_{3}$$

$$H_{3}C - S_{1} - CH_{3}$$

$$\begin{pmatrix} O \\ H_{3}C - S_{1} - CH_{3} \\ & CH_{2} \end{pmatrix}$$

$$CH_{3}$$

$$CH_{3}$$

$$CH_{3}$$

$$CH_{4}$$

$$CH_{2}$$

$$CH_{5}$$

$$CH_{5}$$

モノマーC3: 【化18】

$$C H_{3}$$

$$H_{2}C = C$$

$$C = O$$

$$(C H_{2})_{3}$$

$$(H_{3}C)_{3}S i - O - S i - O - S i (C H_{3})_{3}$$

$$O$$

$$S i (C H_{3})_{3}$$

## 【0038】共重合体の合成

#### 共重合体1

3ーメタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(モノマーA1)12.0g及びメタクリル酸メチル(モノマーB1)8.0gをエタノール100m1に溶解し、窒素気流下、70℃で1時間加熱撹拌した後、過硫酸カリウム0.05gを加え一晩反応させて、共重合反応を完結した。反応液を室温まで冷却し、減圧濃縮した。残渣をエタノール10m1に溶解し、nーヘキサン500m1中に添加した。沈殿物を分取し、目的とする共重合体を得た。なお、得られた共重合体はそのNMRスペクトルデータ(溶媒CDC1₃又はDMSOーdͼ)において、6~7ppm付近に見られる原料モノマー由来のCH₂=Cの水素原子のピークが認められず、このことから共重合体の生成が確認された。また、本発明においては、他の共重合体についても同様に共重合体の生成を確認した。

#### 【0039】共重合体2

モノマーA1 10.0g、モノマーB1 2.0g、及び3ーメタクリルオキシプロピル (トリメチルシロキシ)シラン (モノマーC3) 8.0gを用いた他は、共重合体1の合成と同様にして、目的とする共重合体を得た。

#### 【0040】共重合体3

モノマーA1 12.0g、モノマーB1 5.0g、及 V3ーメタクリルオキシプロピルジメチルポリシロキサン(モノマーC1)3.0gを用いた他は、共重合体 1の合成と同様にして、目的とする共重合体を得た。

#### 【0041】共重合体4

モノマーA1 12.0g、モノマーB1 7.0g、及 びモノマーC2 1.0gを用いた他は、共重合体1の合成と同様にして、目的とする共重合体を得た。

## 【0042】被験試料の調製

油相(第1剤):

ポリ酢酸ビニル	15重量%
ポリビニルアルコール	1 0
ソルビトール	5
PEG400	5
流動イソパラフィン	2
スクワラン	2
POEソルビタンモノステアリン酸エステル	1
エタノール	1 0
共重合体	1 0
水相(第2剤):	
酸化チタン	5
タルク	10
精製水	25

【0043】(製法)油相成分、水相成分をそれぞれ十分に混合し、第1剤、第2剤を調製した。また、コントロールとして、共重合体無配合のもの(代わりに精製水の配合量を35重量%とした)も調製した。

## 【0044】試験方法

試験直前に第1剤と第2剤を混合し、これを顔面に塗布して、自然乾燥後、剥離した。その際の塗布性、剥離性、被膜強度、皮膚清浄効果について専門パネル20名により官能評価を行った。

#### 評価基準

◎:15名以上が良好と回答した。

○:10~14名が良好と回答した。

△:5~9名が良好と回答した。

×:4名以下が良好と回答した。

【0045】

【表1】

共重合体[構成モノマー]	塗布性	剥離性	被膜強度	清浄効果
共重合体なし(コントロール	) 🛆	Δ	$\triangle$	Δ
共重合体 1 [A1-B1]	$\triangle$	$\circ$	0	©
共重合体 2 [A1-B1-C3]	0		0	©

【0046】表1から解るように、モノマー(A)とモノマー(B)を構成モノマーとして有する共重合体1~4を配合したパック化粧料は、これらを配合しない場合に比して被膜強度や皮膚清浄効果が非常に高く、また、剥離性にも優れている。特に、モノマー(A)~(C)を有する共重合体を配合した場合には、被膜強度や皮膚清浄効果を低減させることなく、塗布性、剥離性をさらに向上させることができる。また、モノマー(C)を有

する場合にはパック被膜が柔軟になり、皮膚へのフィット感も向上した。

#### [0047]

【実施例】以下に本発明の実施例を挙げるが、本発明は これらに限定されるものではない。

[0048]

【表2】

共重合体のモノマー組成 (A1)/(B1)[重量%]	被膜強度	皮膚清浄効果	
10/90	Δ	Δ	
25/75	0	0	
40/60	0	©	
60/40	©	©	
85/15	©	©	
96/4	0	0	
100/0	$\triangle$	$\triangle$	

\*共重合体中の[モノマー(A)の重量]/[モノマー(B)の重量]

【0049】表2は、共重合体のモノマー組成を変化させた場合について、前記と同様に試験を行った結果である。表2から解るように、モノマー(A)とモノマー(B)からなる共重合体を配合したパック化粧料は、皮膚上に強固なパック被膜を形成し、高い皮膚清浄効果を発揮することができるが、共重合体中のモノマー(A)

が少なすぎても多すぎても効果が十分に発揮されない。 よって、モノマー (A) の割合は、共重合体中 $25\sim9$ 9重量%、好ましくは $40\sim85$ 重量%であることが理解される。

[0050]

【表3】

共重合体のモノマー組成 (A1)/(B1)/(C3)[重量%]	塗布性	剥離性	皮膚清浄効果
60/40/0	Δ	0	©
60/35/5	0	0	©
60/25/15	©	0	©
50/10/40	©	©	©

【0051】表3より解るように、モノマー(A)、(B)からなる共重合体にモノマー(C)を導入することにより、皮膚清浄効果を低減することなく、塗布性、剥離性等の使用性を高めることができる。このような効果を得るためには、共重合体中のモノマー(C)の割合

としては、1重量%以上、yましくは5重量%以上である。

[0052]

【表4】

共重合体配合量		剥離性	被膜強度	清浄効果
1重量%	Δ	Δ	Δ	Δ
5	$\circ$	0	0	$\circ$
10	©	$\odot$	0	0

20	0	$\bigcirc$	$\bigcirc$	©
5 0	$\triangle$	$\circ$		$\bigcirc$

【0053】表4は、前記共重合体2を配合したパック 化粧料において、共重合体配合量を変化させた場合の結 果を示している。なお、共重合体配合量の増減による変 化量は精製水にて調整した。表4から解るように、パッ ク化粧料中における共重合体の配合量が少なすぎると、 皮膚清浄効果が十分に発揮されず、また塗布性、剥離 性、被膜強度等も低下する。一方、配合量が多すぎる場 合には塗布性や剥離性が低下する傾向がある。よって、 パック化粧料中の共重合体の配合量としては5~50重 量%、好ましくは10~20重量%である。

## [0054]

【発明の効果】本発明にかかるパック化粧料は、皮膚上で加水分解し、乾燥後剥離することにより、優れた皮膚清浄作用を発揮する。また、塗布性、剥離性、被膜強度、使用感も良好である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明にかかる共重合体の架橋反応の一例を示す図である。

## 【図1】

$$R_s - S$$
  $i - R_s$   $\xrightarrow{\text{加水分解}}$   $HO - S$   $i - OF$  OH